

KR Utility Model Laid-Open Publication No. 1999-0083918

TITLE: ANTIMICROBIAL INORGANIC COMPOSITE POWDER HAVING EXCELLENT COLOR STABILITY AND ANTIMICROBIAL PROPERTY AND PREPARING METHOD THEREOF

Abstract:

The present invention relates to an antimicrobial inorganic composite powder having excellent color stability and antimicrobial property and a preparing method thereof. The antimicrobial inorganic composite powder according to the present invention is prepared by doping a metal silver on a  $0.5 \sim 10 \mu\text{m}$  sized silica (sphere, plate and amorphous type) corpuscle carrier coated with a zinc oxide hydrate of a ultra-corpuscle type controlled by nanometer (nm) unit of the particle size thereof, and then adsorbing a sodium silicate component to react therewith, and then to carry out a heat-treatment process. Since this new antimicrobial inorganic composite powder do not have a metallic inherent color and a color transition into a gray color group, which the conventional silver-group inorganic antimicrobial powder has as a weak point, and a zinc oxide and a metal silver composite of a ultra-corpuscle formed in a heat-treatment process have a synergism on an antimicrobial activation to provide an excellent antimicrobial property. Also sustainability of the antimicrobial activation can be provided by a suitable emission control of an antimicrobial material accomplished by covering a protective layer with a sodium silicate component.

공개특허특1999-0083918

(19)대한민국특허청(KR)  
(12) 공개특허공보(A)

(51) Int. Cl. 6  
A01N 59/00(조기공개)

(11) 공개번호 특1999-0083918  
(43) 공개일자 1999년12월06일

(21) 출원번호 10-1999-0036435  
(22) 출원일자 1999년08월31일

(71) 출원인 주식회사 인터켄 류인성  
경기도 화성군 정남면 귀래리 528-1  
(72) 발명자 정홍규  
서울특별시양천구신월1동126-55  
김영철  
경기도화성군봉담면수기리1-117오궁하이츠가동104호  
(74) 대리인 노완구

심사청구 : 있음

(54) 색상 안정성 및 항균력이 우수한 항균성 무기 복합분체 및 그제조방법

요약

본 발명은 색상 안정성 및 항균력이 우수한 새로운 항균성 무기 복합분체 및 그 물질의 제조방법에 관한 것으로서, 본 발명의 항균성 무기 복합분체는 입자크기가 나노미터(nm)단위로 제어된 초미립자 형태의 산화아연 수화물이 피복된 0.5~10 μm의 실리카(구상, 판상, 무정형)미립자 담체위에 금속 은을 도핑시킨 후 다시 규산소다 성분을 흡착반응시킨 다음 열처리하여 제조하는 신규의 항균성 무기 복합 분체로써, 기존의 은계 무기 항균분체의 단점인 금속특유의 금속성 색상이 없고 사용시 회색계통으로의 색상전이가 없으며, 열처리 과정에서 생성된 초미립자 상태의 아연산화물과 금속 은 복합물이 항균활동에 상승작용을 하여 우수한 항균력을 제공할 수 있으며, 또한 규산소다 성분에 의한 보호 피복층의 형성으로 항균 물질의 적절한 방출제어로 항균활동의 지속성을 제공할 수 있다.

대표도

도1

명세서

도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명에 의한 항균성 무기 복합분체를 0.2wt% 적용시 24시간 경과후 효모(검은곰팡이)의 100% 사멸을 보여주는 사진.  
도 2는 본 발명에 의한 항균성 무기 복합분체 미적용시 24시간 경과 후 효모(검은곰팡이)의 증식 상태를 보여주는 사진.

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야 종래기술

본 발명은 미생물의 번식억제 및 사멸시키기 위한 항균물질에 관한 것으로서, 보다 구체적으로는 색상 안정성 및 항균력이 우수한 새로운 항균성 무기 복합분체 및 그 제조방법에 관한 것이다.

최근까지도 미생물의 번식억제 및 사멸시키기 위한 항균물질로써 생체피부 세포에 좋지못한 영향을 줄 뿐만아니라 피부 자극의 원인

이 되는 메틸 파라벤, 프로필 파라벤류의 유기 방부제를 이용하고 있다.

이러한 유기 방부제의 문제점을 해결하기 위하여 은 및 일부 항균력을 갖고있는 금속을 함유하고 있는 무기계 항균분체를 제조하는 방법이 미국특허 제147686호, 미국특허 제2232723호, 일본특허공개 소60-100504호, 일본특허공개 평 5-179053호 등의 특허문헌과 기타 자료(참조: 미국 듀폰사에서 발간한 'Micro-Free Amp Antimicrobial powder'라는 제명하의 자료) 등에 제안되어 있다.

이들 방법은 이산화티탄 수화물 분체 또는 이산화티탄 분체, 황산바륨 분체, 산화아연 분체 등의 표면위에 금속 은 및 금속 구리, 아연 등을 기체상에서 증착, 압착 혼합, 혼합후 환원, 고온에서의 열분해 방법 등으로 제조하는 방법이다. 이러한 방법으로 제조하는 무기계 항균분체는 유기계에 비해 저독성, 열안정성에서는 우수하나, 금속 특유의 색상을 띠며, 제품 적용시 회색으로의 색상전이, 항균력의 지속성, 분산성 등이 부족하여 적용 범위가 크지 않다. 특히 화장품에 적용시 사용감촉, 퍼짐성 등의 화장품 원료로서의 기능성 부족과 금속 특유의 금속성 색상과 변색 등의 문제점으로 메이크업 화장품에만 사용되거나 그 사용량에 제한을 받아 왔었다.

### 발명이 이루고자하는 기술적 과제

이에, 본 발명자들은 상기한 문제점들을 해결하기 위해서 연구를 거듭한 결과, 초미립자 상태의 산화아연 수화물을 0.5~10  $\mu\text{m}$ 의 실리카(구상, 판상, 무정형)미립자 위에 피복하여 항균분체의 담체로 사용함으로써 이산화티탄 수화물 분체, 이산화티탄 분체, 황산바륨 분체, 산화아연 분체 등이 주성분인 기존의 무기계 항균분체의 단점인 적용시의 상용성 부족을 해결할 수 있고, 특히 화장품에 적용시 사용감촉, 퍼짐성 등이 개선되고, 고온으로 열처리 하는 것에 의하여 아연 산화물과 금속 은이 초미립자 상태의 미세결정 복합물 형태를 형성케 함으로써, 기존의 무기 항균분체의 단점인 금속 특유의 금속성 색상과 적용시 회색계통으로의 색상전이를 완벽하게 억제할 수 있고, 초미립자 상태의 아연산화물과 금속 은의 항균활동에 대한 상승작용으로 우수한 항균력을 제공함을 발견할 수 있었다. 더욱이 규산소다 성분에 의한 보호 피복층의 피복량을 조절함에 따라 항균물질의 적절한 방출제어가 가능함을 발견하여 항균활동의 지속성의 문제를 해결함으로써 본 발명을 완성할 수 있었다.

따라서, 본 발명의 목적은 금속특유의 금속성 색상과 적용시 회색계통으로의 색상전이를 완벽하게 억제하고, 화장품에 이르기까지 광범위한 적용범위를 가지며, 또한 지속성이 우수한 무기계 항균분체 및 그 제조방법을 제공하는 것이다.

### 발명의 구성 및 작용

상기한 목적을 달성한 본 발명의 항균성 무기복합분체는 0.5~10  $\mu\text{m}$ 의 실리카 미립자위에 상기 실리카 100중량부에 대하여 산화아연 15~40중량부와 금속 은 1~5중량부가 포함된 복합물이 초미립 결정입자 상태로 피복되고 그 위에 알카리금속규산염 성분이 2~8중량부의 양으로 피복된 보호피복층이 형성된 것을 특징으로 한다.

본 발명의 바람직한 일 구현에 의하면 상기한 항균성 무기복합분체는 다음의 공정들을 포함하는 방법으로 제조할 수 있다.

- (i) 나노미터(nm) 단위로 제어된 초미립자 형태의 산화아연 수화물을 0.5~10  $\mu\text{m}$ 의 실리카 미립자위에 피복하는 공정,
- (ii) 상기 피복공정(i)의 생성물에 금속 은을 도핑하는 공정, (iii) 상기 도핑공정(ii)의 생성물에 알카리금속규산염을 흡착시키는 공정, (iv) 상기 흡착공정(iii)의 생성물을 그 아연산화물과 금속 은이 초미립자 상태의 미세 결정 복합물로 형성함과 동시에 규산염 성분의 보호 피복층을 형성하도록 열처리하는 공정, 및 (v) 상기 열처리공정(iv)의 생성물을 평균 입경 0.5~10  $\mu\text{m}$ 의 미립자로 분쇄하는 공정.

상기한 본 발명의 목적, 그 외의 목적, 특징 및 장점은 하기 발명의 상세한 설명으로부터 당업자에게 명백하게 드러날 것이다.

이하, 본 발명을 보다 상세히 설명하기로 한다.

본 발명에 따르는 항균성 복합 분체는 광범위한 적용에 적합하도록 실리카를 담체로 사용한 것으로 실리카의 형태학적 특성을 그대로 유지하면서 제조할 수 있어서 구형도가 0.28 이하인 박편상, 구형도가 1.0에 가까운 구상, 그 중간단계인 무정형 형태로 제조할 수 있다. 따라서 실리카의 고유한 특성인 섬유, 플라스틱, 코팅, 건축자재, 비누, 화장품 원재료 등과 상용성이 본 무기계 항균 복합분체에서도 그대로 발현되며, 항균력, 열안정성 및 색상 안정성 등이 우수하다.

이러한 특성을 갖는 본 발명의 항균성 복합분체의 제조하는 방법을 바람직한 구현의 방법으로 예를 들어 설명하기로 한다.

우선 0.5~10  $\mu\text{m}$ 의 입자크기를 갖는 구상, 판상 및/또는 무정형의 실리카 미립자를 담체로 하여 그 위에 나노미터 단위의 초미립자 상태로 산화아연 수화물을 피복한다(공정 i). 예를 들어 이 산화아연 수화물 피복공정(i)은 실험실 규모에서 다음과 같은 방법으로 수행될 수 있다. 즉, 0.5~10  $\mu\text{m}$ 의 실리카 미립자 분체를 실리카 분체의 5~10배의 정제수가 담겨있는 사구 반응기내에 넣은 후 교반하여 수분산 시키면서, 반응기의 온도를 60~90℃로 승온한 다음 산화아연 수화물 수용액을 투입하고, 온도를 60~90℃로 유지하면서 반응을 2~5 시간 진행한 후, 24시간 이상 정지시켜 40℃ 이하로 냉각시킨다. 수세 및 여과 과정을 거친 후, 건조하여 초미립자 상

태의 산화아연 수화물이 피복된 실리카(구상, 판상, 무정형)미립자 분체를 제조한다. 이때 산화아연 수화물의 피복량은 20~30 중량부 정도가 바람직하다.

다음, 상기 피복 공정 (i)의 생성물위에 금속 은을 도핑한다 (공정 ii). 예를 들어 금속 은 도핑공정(ii)은 다음과 같은 방법으로 수행될 수 있다. 즉, 상기 산화아연 수화물이 피복된 실리카 미립자 분체에 질산은 또는 황산은 수용액을 헨셀믹서를 이용하여 도포하는 것에 의해 금속 은을 도핑할 수 있다. 여기서 금속 은의 도핑량은 2~5 중량부가 바람직하다.

다음, 상기 도핑공정(ii)의 생성물 위에 규산소다 및/또는 규산칼륨과 같은 알칼리금속 규산염을 흡착시킨다 (공정 iii). 예를 들어 규산염 흡착공정(iii)은 다음과 같은 방법으로 수행될 수 있다. 즉, 금속 은이 도핑된 분체에 규산소다액( $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$  몰비 1.62~3.23)을 헨셀믹서를 이용하여 도포하는 것에 의해 규산염을 도포할 수 있다.

다음, 상기 규산염 흡착공정(iii)에서 얻은 무기 복합분체는 그 아연산화물과 금속 은이 초미립자 상태의 미세 결정 복합물로 형성함과 동시에 규산염 성분의 보호 피복층을 형성하도록 열처리한다 (공정 iv). 상기 열처리는 고온의 전기로에서 수행하는 것이 바람직하며, 무기 복합분체를 전기로를 이용하여 열처리 할 때에는 단계별로 승온하여 먼저 수분을 제거하고, 바람직하게 800℃ 이상, 보다 바람직하게 800℃~950℃의 온도에서 1~4시간 열처리하여 질산은 또는 황산은 성분이 산화아연 수화물과 반응하여 금속 은 및 아연산화물 성분으로 이루어진 미세결정 복합물 형태를 생성시키고 동시에 규산염 성분의 보호피복층을 형성시킨다. 이때의 생성물은 분체들이 서로 응집되어 거대 입자를 형성한다.

마지막으로, 상기 열처리 공정(iv)에서 얻어진 응집된 입자들을 분쇄 혹은 분리하여 평균 입경이 0.5~10  $\mu\text{m}$ 의 미립자상 항균성 무기 복합분체를 제조한다. 이러한 미분쇄에는 예를 들어 햄머밀 등과 같은 통상의 분쇄장치를 사용할 수 있다.

본 발명의 항균성 무기 복합분체는 항균력을 나타내고자하는 적용제품에 따라 적당량 선정될 수 있으며, 바람직하게는 적용제품의 0.1~10 중량부, 바람직하게 0.5~7중량부 적용시 우수한 항균활동을 보여 주었다. 특히 본 발명의 항균성 무기 복합분체는 색조화장료에 적용할 경우 기존의 항균성 무기 분체와는 달리 사용감촉, 퍼짐성 등의 화장품 원료로서의 기능성 부족과 금속 특유의 금속성 색상과 변색 등의 문제점을 일으키지 않아 효과적이다. 색조화장료에 적용할 경우 본 발명의 항균성 무기 복합분체의 바람직한 배합량은 화장료 총중량에 0.1~10 중량부 정도이다.

이상 설명한 바와 같은 본발명의 특징 및 기타의 장점들은 후술되는 실시예의 설명으로부터 보다 명백하게 될 것이다. 물론, 본 발명이 이들 실시예에만 한정되는 것은 아님을 이해하여야 할 것이다.

복합분체의 제조[실시예 1] 3ℓ의 4구 반응기에 정제수 1ℓ를 투입후 평균 입경이 2  $\mu\text{m}$ 인 무정형의 실리카 미분체 200g을 반응기내에 넣은후 교반하여 수분산시키면서, 반응기의 온도를 60~90℃로 승온시킨 다음 고형분 함량이 20% 되게 제조한 산화아연 수화물 200g을 1시간에 걸쳐 적가(滴加)하고, 온도를 75℃로 유지하면서 반응을 4시간 진행한 후, 반응물을 24시간 정치시켰다. 얻어진 슬러리 상태의 혼합물에 정제수 1ℓ를 가하여 수세한 후, 진공 탈수기를 이용하여 여과하였다. 얻어진 여과케이크를 140℃ 열풍 건조기에서 13시간 건조시켜 산화아연 수화물 피복 실리카 복합분체를 제조하였다.

얻어진 산화아연 수화물 피복 실리카 복합분체에 증류수로 3배 희석된 질산은 수용액을 헨셀믹서를 이용하여 14.4g을 도포하여 금속 은을 도핑하고, 규산소다액 ( $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$  몰비 3.23)를 10g을 도포하여 규산염을 피복하였다.

결과의 생성물을 전기로에서 단계별 승온 과정을 거쳐 850℃에서 2시간 열처리함으로써 잔여 수분제거와 산화아연 수화물과 질산은 성분이 아연산화물과 금속 은 복합 성분으로된 미세결정 입자가 실리카 표면위에 생성되고, 규산소다 성분의 보호피복층이 형성된 입자 응집체를 얻었다.

얻어진 입자 응집체를 임팩트 밀을 이용하여 분쇄하여 목적하는 무기계 항균 복합분체를 제조하였다. 복합분체는 항균력을 보이는 무정형의 형태를 가진 평균입경 2.2  $\mu\text{m}$ 의 백색 미분체였다.

[실시예 2] 실시예 1에서 고형분 함량이 20% 되게 제조한 산화아연 수화물을 350g 적가한 것과, 질산은 수용액을 18.0g 투입한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 복합분체를 제조하였다. 복합분체는 항균력을 갖는 평균입경 2.3  $\mu\text{m}$ 의 무정형 백색 미분체였다.

[실시예 3] 실시예 1에서 평균 입경이 5  $\mu\text{m}$ 인 무정형의 실리카 미분체를 사용한 것을 투입한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 복합분체를 제조하였다. 복합분체는 항균력을 갖는 평균입경 5.2  $\mu\text{m}$ 의 무정형 백색 미분체였다.

[실시예 4] 평균 입경이 5  $\mu\text{m}$ 인 무정형의 실리카 미분체를 사용한 것과, 산화아연 수화물을 350g을 적가한 것과, 질산은 수용액을 18.0g 투입한 것을 제외하고는 실시예 1과 동일한 방법으로 복합분체를 제조하였다. 복합분체는 항균력을 갖는 무정형의 백색 미분체(평균입경 5.3  $\mu\text{m}$ )였다.

상기 실시예 1~4에 의해 제조된 본 발명의 항균성 무기 복합분체의 항균력 및 항균제품에 대한 적용시 이들의 항균 시험결과, 광변성, 화장품에의 적용시의 항균력, 변색 특성, 피부독성, 사용감 등과 섬유에의 적용시 특성 등을 측정 및 평가하였다.

항균시험상기 실시예 1 내지 4에 의해 제조된 항균성 무기 복합분체를 증류수 150g이 들어있는 각각의 샤를레에 300mg씩 주입한 다음, 여러종류의 미생물을 주입하고, 30℃에서 24시간 배양 후 감소율을 측정하였다. 그 결과는 하기 표 1에 제시된다.

[표1]

구분		곰팡이	박테리아		
		검은 곰팡이 (IFO 0662)	칸다다균(KCTC 7229)	대장균(ATCC 11105)	화농균(ATCC 27853)
실시예 1	초기	$1.7 \times 10^3$	$7.3 \times 10^2$	$5.4 \times 10^2$	$7.6 \times 10^2$
	24시간후	0	4	7	4
	감소율 (%)	100	99.4 이상	98.7 이상	99.4 이상
실시예 2	초기	$1.7 \times 10^3$	$7.3 \times 10^2$	$5.4 \times 10^2$	$7.6 \times 10^2$
	24시간후	0	0	0	0
	감소율 (%)	100	100	100	100
실시예 3	초기	$1.7 \times 10^3$	$7.3 \times 10^2$	$5.4 \times 10^2$	$7.6 \times 10^2$
	24시간후	0	2	4	4
	감소율 (%)	100	99.7 이상	99.2 이상	99.4 이상
실시예 4	초기	$1.7 \times 10^3$	$7.3 \times 10^2$	$5.4 \times 10^2$	$7.6 \times 10^2$
	24시간후	0	0	0	0
	감소율 (%)	100	100	100	100

복합분체의 색도변화 시험상기 실시예 1 내지 4에 의해 제조된 항균성 무기 복합분체를 자외선 램프를 사용하여 13mW/sec·cm<sup>2</sup>의 조사강도로 72시간 조사한 후 변색정도를 색차계를 이용하여 L값(백색도)를 측정하였다. 그 결과는 하기 표 2에 제시된다.

[표2]

구분	L값		L값 변화치
	초기	76 시간후	
실시예 1	93	93	0
실시예 2	91	91	0
실시예 3	92	92	0
실시예 4	90	90	0

제형예상기 실시예 4의 항균성 무기 복합분체를 각각 3%, 5%, 0% 적용하여 하기 표 3에 나타난 제형예 1 내지 3의 색조화장품(트위 케이크)를 제조하였다. 제조된 색조화장품의 항균성을 시험하기 위하여 대장균, 포도상구균, 칸다다균이 혼합된 박테리아 2.4×10

<sup>3</sup>개와 효모(검은곰팡이)1.4×10

<sup>2</sup>개 주입하여 30℃에서 배양하여 시간경과에 따라 미생물의 사멸정도를 측정하였다. 측정결과는 하기 표 4 및 5에 각각 제시된다. 또한, 제형예 1 및 2의 트윈케이크를 20~30대의 여성 50명을 대상으로 사용성을 평가하여 그 결과를 하기 표 6에 나타내었다.

[표3]

구분	처방		
	제형예 1	제형예 2	제형예 3
세리사이트	to 100	to 100	to 100
마이카	10	10	10

탈크	35	35	35
카올린	4	4	4
칼슘실리케이트	2	2	2
항균성 복합분체	3	5	-
산화철	8	8	8
유동파라핀	5	5	5
항료	0.3	0.3	0.3

[표4]

구분		제형예 1 (3%)	제형예 2 (5%)	제형예 (0%)
시간경과에 따른 박테리아의 개수	0 시간	2.4×10 <sup>3</sup>	2.4×10 <sup>3</sup>	2.4×10 <sup>3</sup>
	3 시간	3.2×10 <sup>2</sup>	1.9×10 <sup>2</sup>	4.8×10 <sup>6</sup>
	12시간	1.6×10	1.1×10	너무 많아 셀수없음
	24시간	10 이하	10 이하	너무 많아 셀수없음
	7 일	10 이하	10 이하	너무 많아 셀수없음
	14 일	10 이하	10 이하	너무 많아 셀수없음
	21 일	10 이하	10 이하	너무 많아 셀수없음
	23 일	10 이하	10 이하	너무 많아 셀수없음

[표5]

구분		제형예 1 (3%)	제형예 2 (5%)	제형예 (0%)
시간경과에 따른 검은 곰팡이의 개수	0 시간	1.4×10 <sup>2</sup>	1.4×10 <sup>2</sup>	1.4×10 <sup>2</sup>
	3 시간	2.7×10	1.2×10	2.8×10 <sup>6</sup>
	12시간	1.2×10	10 이하	너무 많아 셀수없음
	24시간	10 이하	10 이하	너무 많아 셀수없음
	7 일	10 이하	10 이하	너무 많아 셀수없음
	14 일	10 이하	10 이하	너무 많아 셀수없음
	21 일	10 이하	10 이하	너무 많아 셀수없음
	23 일	10 이하	10 이하	너무 많아 셀수없음

[표6]

구분	만족 응답자수		불만족 응답자수	
	제형예 1	제형예 2	제형예 1	제형예 2
매끄러운 퍼짐성	42(84%)	45(90%)	8(16%)	5(10%)
부드러운 감촉성	40(80%)	43(86%)	10(20%)	7(14%)
색상의 표현성	47(94%)	47(94%)	3(6%)	3(6%)
화장의 지속성	43(86%)	44(88%)	7(14%)	6(12%)

단섬유 원사 적용시 색도 변화 및 항균성실시에 1의 항균성 복합분체를 각각 0%, 0.6%, 1% 및 3% 적용한 폴리에스터 단섬유(6 데니아)의 백색도 변화를 측정하여 그 결과를 하기 표 7에 나타내었으며, 또한 상기 단섬유를 30g씩 넣은 후 대장균, 포도상구균, 칸다 다균이 혼합된 박테리아 균주 2.4×10

<sup>3</sup>개를 투입하고 30℃에서 배양하여 시간경과에 따른 미생물의 사멸정도를 측정하여 그 결과를 하기 표 8에 나타내었다.

[표7]

--	--	--	--

구분	L값		L값 변화치
	초기	30일 후	
0% 적용 단섬유	86	86	0
0.6% 적용 단섬유	86	86	0
1.0% 적용 단섬유	85	85	0
3.0% 적용 단섬유	85	85	0

[표8]

구분		0.6% 적용 단섬유	1% 적용 단섬유	3% 적용 단섬유	0% 적용 단섬유
시간경과에 따른 혼합된 박테리아의 개수	0 시간	2.4×103	2.4×103	2.4×103	2.4×103
	3 시간	2.0×102	2.4×102	1.2×10	2.8×106
	12시간	1.2×102	1.3×10	10 이하	너무 많아 셀수 없음
	24시간	1.0×102	10 이하	10 이하	너무 많아 셀수 없음
	7 일	100 이하	10 이하	10 이하	너무 많아 셀수 없음
	14 일	100 이하	10 이하	10 이하	너무 많아 셀수 없음
	21 일	100 이하	10 이하	10 이하	너무 많아 셀수 없음
	23 일	100 이하	10 이하	10 이하	너무 많아 셀수 없음

기초화장품(크림) 적용시 색도변화 시험상기 실시예 1 내지 4의 항균성 무기 복합분체를 각각 5% 적용하여 기초화장품을 제조한 후 처음 상태와 30일 동안 태양광에 방치한 후의 색도변화를 일본 미놀타사제 색차계 CR-200을 이용하여 측정하였다. 측정결과 기존의 무기계 항균분체와는 달리 금속특유의 금속성의 색상이 나타나지 않았으며 30일 후에도 변색이 되지 않아 기초화장품에 대한 적용이 가능하였다. 측정결과는 하기 표 9에 제시된다.

[표9]

구분	L값		L값 변화치
	초기	30일 후	
실시예 1의 분체 5% 적용 크림	86	86	0
실시예 2의 분체 5% 적용 크림	86	86	0
실시예 3의 분체 5% 적용 크림	85	85	0
실시예 4의 분체 5% 적용 크림	85	85	0

상기 실시예 4의 항균성 무기분체의 안전성을 장치(Skintex UMA)를 사용하여 생체의 시험하였다. 블랭크(Blank)와 활성화된 쿠베트(Activated cuvette)에 시료를 각각 300mg 적용하여 25℃에서 24시간 배양후 시료를 제거하고 로우 챔버(low chamber)에 있는 용액의 OD값을 미국 베크만사제 DU7500 스펙트로미터로 470nm에서 측정한 한 바, 결과치가 PD II 0.23으로 자극정도가 낮은 안전한 물질임을 확인할 수 있었다.

이상의 실험으로부터 알 수 있는 바와 같이 기존의 무기계 항균분체의 화장품(기초화장품 및 색조화장품) 적용시 발생하는 문제점인 금속특유의 금속성 색상과 변색의 문제, 사용성의 부족, 피부안정성 등의 문제를 본 발명을 통한 항균성 무기 복합분체를 사용하여 해결할 수 있었다. 또한 단섬유 제조공정에서 폴리에스터 대비하여 각각 0.6중량%, 1중량%, 3중량% 투입하여 단섬유 원사를 제조한 후 백색도 변화측정결과로부터 알 수 있는 바와 같이 본발명에 따르는 항균성 무기 복합분체를 사용하면 적용시 항균력이 우수한 폴리에스터 원사를 제조할 수 있음을 알 수 있었다.

### 발명의 효과

이와 같이 본 발명에 의하면 기존의 은계 무기 항균분체의 단점인 금속 특유의 금속성 색상이 없고 사용시 회색계통으로의 색상전이가 없으며, 열처리 과정에서 생성된 초미립자 상태의 아연산화물과 금속 은 복합물이 항균활동에 상승작용을 하여 우수한 항균력을 제공할 수 있으며, 또한 규산소다 성분에 의한 보호 피복층의 형성으로 항균 물질의 적절한 방출제어로 항균활동의 지속성을 제공할 수 있다.

### (57)청구의 범위

#### 청구항1

0.5~10  $\mu\text{m}$ 의 실리카 미립자위에 상기 실리카 100중량부에 대하여 산화아연 15~40중량부와 금속 은 1~5중량부가 포함된 복합물이 초미립 결정입자 상태로 피복되고 그 위에 알카리금속규산염 성분이 2~8중량부의 양으로 피복된 보호피복층이 형성된 것을 특징으로 하는 항균성 무기 복합분체.

#### 청구항2

다음의 공정들을 포함하는 항균성 무기복합분체의 제조방법:

- (i) 나노미터(nm) 단위로 제어된 초미립자 형태의 산화아연 수화물을 0.5~10  $\mu\text{m}$ 의 실리카 미립자위에 피복하는 공정,
- (ii) 상기 피복공정(i)의 생성물에 금속 은을 도핑하는 공정,
- (iii) 상기 도핑공정(ii)의 생성물에 알카리금속규산염을 흡착시키는 공정,
- (iv) 상기 흡착공정(iii)의 생성물을 그 아연산화물과 금속 은이 초미립자 상태의 미세 결정 복합물로 형성함과 동시에 규산염 성분의 보호 피복층을 형성하도록 열처리하는 공정, 및
- (v) 상기 열처리공정(iv)의 생성물을 평균 입경 0.5~10  $\mu\text{m}$ 의 미립자로 분쇄하는 공정.

#### 청구항3

0.5~10  $\mu\text{m}$ 의 실리카 미립자위에 상기 실리카 100중량부에 대하여 산화아연 15~40중량부와 금속 은 1~5중량부가 포함된 복합물이 초미립 결정입자 상태로 피복되고 그 위에 알카리금속규산염 성분이 2~8중량부의 양으로 피복된 보호피복층이 형성된 항균성 무기 복합분체가 함유된 것을 특징으로 하는 화장료.

#### 청구항4

제 3항에 있어서, 상기 항균성 무기복합분체의 함량이 화장료 총량에 대하여 0.1~10중량부이고, 상기 화장료가 유화형 파운데이션, 메이크업베이스, 트윈케이크, 콤팩트 또는 스킨커버의 제형을 갖는 색조화장료인 것을 특징으로 하는 화장료.

### 도면

#### 도면1



#### 도면2



